

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 56-153532

(43)Date of publication of application : 27.11.1981

(51)Int.Cl.

G11B 5/66

G11B 5/84

H01F 1/04

(21)Application number : 55-057413

(71)Applicant : NEC CORP

(22)Date of filing : 30.04.1980

(72)Inventor : MYOGA OSAMU
IGARASHI HITOSHI
KAWAI ATSUSHI

(54) MAGNETIC RECORDING TAPE AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To increase the coercive force, by overlapping the nonmagnetic metal or nonmagnetic alloy thin plate and ferromagnetic thin plate including 3 kinds of specified elements to form them into one body and then cold-milling and annealing them and forming magnetic tape including the ferromagnetic phase causing Spinodal transformation.

CONSTITUTION: The plate joined by overlapping the alloy thin plate including 3 kinds of elements out of Fe, Ni, Co, Cu as ferromagnetic metal and the thin plate made of nonmagnetic metal (Cu, Cr) or nonmagnetic alloy (55wt% Ni-45wt% Cu and the like and by welding the circumference, is annealed at 1,000° C in hydrogen atmosphere for 30min. Further, the thin plate of about 1mm thickness is made with cold mill and it is subjected to solulizing treatment in hydrogen at about 1,000° C to cool it rapidly. Further, the plate is cold-milled into a tape of about 5 μ m thickness. The tape has the ferromagnetic layer causing Spinodal transformation by applying the magnetic field of 500Oe and annealing it. Thus, the metallic tape excellent in the rectangular ratio and sensitivity and high in the high-region frequency output level can be obtained.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

昭56-153532

⑫ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和56年(1981)11月27日

G 11 B 5/66

6835-5D

5/84

6835-5D

H 01 F 1/04

6730 5E

発明の数 2

審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑭ 磁気記録用テープおよびその製造方法

東京都港区芝五丁目33番1号日

本電気株式会社内

⑮ 特 願 昭55-57413

⑯ 発 明 者 河合淳

⑰ 出 願 昭55(1980)4月30日

東京都港区芝五丁目33番1号日

⑱ 発 明 者 冥加修

本電気株式会社内

東京都港区芝五丁目33番1号日

⑲ 出 願 人 日本電気株式会社

本電気株式会社内

東京都港区芝5丁目33番1号

⑳ 発 明 者 五十嵐等

㉑ 代 理 人 弁理士 内原晋

明 細 書

方法。

発明の名称 磁気記録用テープ^{おと}及びその製造方法

発明の詳細な説明

特許請求の範囲

1. 非磁性金属層あるいは非磁性合金層とスピノーダル変態に由来する強磁性相を含んでいる強磁性体層とが接合一体化していることを特徴とする磁気記録用テープ。
2. 金属基体表面上に強磁性体層を形成して磁気記録用テープを作製する方法において、非磁性金属あるいは非磁性合金と、Fe, Ni, Co 及び Cu のうち少なくとも3種類以上の元素を含み焼鈍によりスピノーダル変態を生じる強磁性体とを接合一体化して複合体を形成する工程と、この複合体を冷間圧延によりテープ状とする工程と、前記複合体あるいはテープ状に加工された複合体を焼鈍して当該複合体を構成している強磁性体層にスピノーダル変態を生ぜしむる工程とを含むことを特徴とする磁気記録用テープの製造

オーディオやビデオ機器は目覚ましい発展をとげている。これは偏に磁性テープが容易に入手できるためであると替っても決して過言ではない。この際には磁性テープの改良や価格低減のための絶え間ない努力があったことは言うまでもない。しかし、一般の情勢はこの状態に満足することなく、より高品質、大記憶容量、低価格が要求されている。

現在最も広く用いられている磁性テープは、高分子樹脂製のテープをベースとしてその上に炭化物磁性粉末を塗布したものであるが、磁性粉末の磁気特性を改良したり、高分子樹脂製テープの厚さを薄くしたり、種々の工程を合理化したりして前記要請に答えている。また、他方では、炭化物磁性粉末を金属磁性粉末に替える工夫をしたり、あるいは熱金で金属磁性層を作るなどして、磁気特性の改良がなされている。

これらの試みはあくまでもベースとして高分子樹脂製のテープを使用することを前提にしている。しかし、高分子樹脂テープを使用するときは、(1)静電気が蓄積する、(2)伸び変形が大きい、(3)伸縮の温度係数が大きい、等々の諸々の欠点を内包することとなる。例えば、(1)の静電気に起因するものとしては、雑音の増大や吸着者に伴う記憶落し再生落しなどの問題などがある。この対策としてはベース背面に放電を容易とするような表面加工を施すなどといったものが実施されているが、さしたる効果は得ていない。また(2)の伸び変形はそもそも記録媒体としての再現性の良否に関係している。設計上は、この伸び変形を実効的に無視できる大きさに押えるにはベースの厚さを最低何mm以上とせねばならないかなどといった命題となり設計者を悩ますこととなる。片伸びの問題などでは例えばテープの巻き取り方式などテープの使用方法にも責任の一端はあると言えるが、それでもなお、テープ自体の抗張力が小さいあるいは塑性変形開始応力が小さいなどテープの問題とし

て考えねばならぬ点は真に多い。(3)の伸縮の温度係数についても前記(2)と同様に使用方法に対する配慮も必要ではあるが、やはりテープ自体の問題でもある。伸縮の温度係数があまりに大きいとカラビデオなどでは色むらの問題が無視できなくなる恐れもある。

以上の問題点(1)(2)(3)などは、かなりベースを構成する材料の純性に起因するものであり、ベースを非磁性金属テープに転換することで解決し得るはずである。そこで非磁性金属のテープをベースとして磁性金属の層を鍍金で形成する方法が提案された。

しかし、この鍍金による金属磁性テープの製造方法は、(A)磁性金属が合金であるときはその組成制御が難しい。(B)磁性金属層の厚さを精度良く制御しつつ良いテープ状のものに連続的に鍍金するのが難しい。(C)鍍金によって形成した金属組織は脆く仮に焼鈍したとしてもその脆さを解消する前に軟化してしまう。等々の欠点があり工業規模での量産になじまず未だに実用化できていない。

本発明は、かかる鍍金法の欠点を解決し、更に充分な靱性をも備え、量産性に富んだ金属磁性テープとその製造方法を提供するものである。

本発明の磁気記録用テープは非磁性金属(合金も含む)層に、スピノーダル変態に由来する強磁性相を含んでいる強磁性体を接合して一体化した構造となっている。

本発明の製造方法は、Fe, Co, Ni および Cu のうち、少なくとも種類以上からなって、焼鈍を施すことでスピノーダル変態を生ずる強磁性合金と、非磁性金属あるいは合金を接合一体化し、その後冷間圧延を施し、前記非磁性体層と前記強磁性体層からなる複合体あるいはテープ状の複合体を、中性あるいは還元雰囲気中で焼鈍するか、あるいは複合体又はテープの長さ方向に 500Oe. 以上の交流あるいは直流磁場を印加した状態で焼鈍してスピノーダル変態を起し、最終的に非磁性金属あるいは非磁性合金とスピノーダル変態を生じた強磁性体が互いに接合一体化している磁気記録用テープを製造する方法である。

本発明で述べているスピノーダル変態は特定の組成範囲および特定の処理温度範囲で起こるもので、磁性相と非磁性相が材料の内部条件、例えば内部歪に影響されて特定の規則性をもって配列する。当然、前記磁性相と非磁性相の格子定数は異なり、しかも各々の相の結晶は正方晶形で、材料内部に大きな歪が、蓄積され、また磁性相が 1μm 以下の単磁区粒子で形方異方性が大きい。そのために、スピノーダル変態が保磁力の増大に寄与し、本発明の磁気記録用テープは保磁力が著しく向上する。

本発明によれば、冷間圧延による機械的特性の向上、例えば靱性に優れ、加工精度が高く、平滑性平面性に優れ、適当な熱処理条件を選択し得る等々の利点を備えているのは当然であるが、スピノーダル変態を生じる強磁性体を磁気記録媒体とするために、形状異方性および結晶異方性によるところの大きな保磁力(以下 H_c と記述する。)の強磁性金属層を極めて優れた連続性をもって形成し得るとともに、角形性も良好で、飽和磁束密

度も十分得られるため、感度および高域周波数特性の面で優れ、高分子樹脂製テープをベースにしたものに比して1桁程度以上も抗張力が大きく、したがって厚さが約3 μ m程度（従来は10数 μ mが普通）以下までも薄くでき、記憶容量もまた3～4倍も大きい、卓越した性能を備えた磁気記録用テープを容易に、しかも量産性良く製造することができる。

以下、本発明の詳細説明は実施例にもとずいて行なう。

実施例 1.

強磁性金属として50wt% Co - 21wt% Ni - 29wt% Co からなる合金を選び厚さ5.1mm、幅300mmの板状のものを用意した。また非磁性金属として55wt% Ni - 45wt% Cu 合金を選び厚さ49.9mm、幅300mmの板状のものを用意した。両板を重ねてその周囲を連続溶接機で焊接した。接合した板を強磁性金属側を0.15mm、非磁性金属側を0.5mm研削した後、900℃、30分の中間焼鈍を水素雰囲気中で数回行ない、冷間圧延を施して板厚3 μ m \pm 0.2 μ mのテ

ープを作った。このとき強磁性体層部の厚さは0.3 \pm 4%であった。このテープは1100℃、30分の溶体化処理を水素中で行ない、急冷した。そして、3.8mm幅にスリットした。その後、貫通形の連続炉を用い、1mの長さを経て725℃ \pm 5℃の温度分布の均熱部を10cm/分の走行速度でテープを走らせ、しかもテープの進行方向に平行に1000 O_e の直流磁場を印加して焼鈍した。但し、焼鈍は水素雰囲気で行なった。したがって前記溶体化処理後の急冷によるテープ表面の薄い酸化膜は水素によって十分に還元された。

本実施例の製造方法で作った磁気記録用テープの抗磁力は1050 O_e 、残留磁束密度は3400ガウス、角形比は0.85であった。 $r\text{-Fe}_2\text{O}_3$ の従来テープと比べ感度は+2.5dB上昇し、周波数特性は図中④に示すように前記従来テープ（周波数特性は図中⑤で示した）の欠点であった高域周波数での出力レベルの改善がなされた。

つづいて、ホトプレスして得た Mn-Zn フェライトからなるヘッドを通常のオーディオ装置に

取り付け、本実施例によるテープと $r\text{-Fe}_2\text{O}_3$ の従来テープとを1000時間走行させて、ヘッドの摩耗量を測定した。その結果 $r\text{-Fe}_2\text{O}_3$ テープの場合のヘッドの摩耗量を1とすると本実施例によるテープの場合は0.08であった。

また、磁場印加しないで焼鈍した場合の磁気特性は抗磁力 \sim 800 O_e 、残留磁束密度 \sim 3100ガウス、角形比 \sim 0.60であった。

実施例 2.

強磁性金属として実施例1と同様の合金を選び厚さ4.8mm、幅250mmの板状のものを用意した。また非磁性金属として実施例1と同様の合金を選び厚さ46.9mm、幅250mmの板状のものを用意した。両板を重ねてその周囲を連続溶接機で焊接した。接合した板を強磁性金属側を0.1mm、非磁性金属側を0.3mm研削した後、900℃、30分の中間焼鈍を水素雰囲気中で数回行ない、板厚30 μ mまで冷間圧延を施した。この板を1080℃、1時間の溶体化処理を水素中で行ない、急冷した。その後650℃、30分

の焼鈍を水素雰囲気中で、しかも板の長さ方向に平行に1000 O_e の交流磁場を印加し、前記磁場印加状態で室温に炉冷した。さらに板厚1mmまで冷間圧延を施し、この薄板を再度磁場中焼鈍を行なった。この焼鈍は実施例1で用いた貫通形の連続炉を用い、1mの長さを経て725℃ \pm 5℃の温度分布の均熱部を4m/分の走行速度でテープを走らせ、しかもテープの進行方向に平行に2000 O_e の交流磁場を印加して水素雰囲気中で焼鈍した。その後冷間圧延を施して板厚5 μ m \pm 0.1 μ mのテープを作った。このとき強磁性層部の厚さは0.4 μ m \pm 3%であり、テープの長さは25Kmであった。そして3.8mm幅にスリットした。その後貫通形の連続炉を用い、1mの長さを経て725℃ \pm 5℃の温度分布の均熱部を4m/分の走行速度でテープを走らせ、しかもテープの進行方向に平行に2000 O_e の交流磁場を印加して、水素中で焼鈍した。

本実施例の製造方法で作った磁気記録用テープの抗磁力は1400 O_e 、残留磁束密度は4200ガウス、角形比は0.88であった。 $r\text{-Fe}_2\text{O}_3$ の従来テープ

と比べ感度は+3dB上昇し、周波数特性は図中④に示すよう高域周波数での出力レベルの改善がなされた。

つづいて実施例1と同様に $Mn-Zn$ フライタからなるヘッドの摩耗量は $r-Fe_2O_3$ テープの場合を1とすると本実施例によるテープの場合は0.04であった。

実施例3.

強磁性金属として60wt% $Co-20wt\%Ni-20wt\%Fe$ からなる合金を選び厚さ5.9mm、幅280mmの板状のものを用意した。また非磁性金属として55wt% $Ni-45wt\%Cu$ 合金を選び厚さ57.7mm、幅280mmの板状のものを用意した。両板を重ねてその周囲を連続溶接機で溶接した。接合した板を強磁性金属側を0.2mm、非磁性金属側を0.55mm研削した後1000℃、30分の間焼鈍を水素雰囲気中で数回行ない、冷間圧延を施して板厚1mmの薄い板を作った。その薄板は1000℃、30分の溶体化処理を水素中で行ない、急冷した。その後、更に冷間圧延を施して板厚 $5\mu m \pm 0.15\mu m$ のテープを作った。こ

特性は抗磁力 $\sim 900 O_e$ 、残留磁束密度は4700ガウス、角形比は0.80であった。

実施例4.

強磁性金属として60wt% $Co-20wt\%Ni-20wt\%Fe$ からなる合金を選び厚さ7mm、幅330mmの板状のものを用意した。また非磁性金属として55wt% $Ni-45wt\%Cu$ 合金を選び厚さ68.4mm、幅330mmの板状のものを用意した。両板を重ね合せてその周囲を連続溶接機で溶接した。接合した板を強磁性側を0.3mm、非磁性側を0.6mm研削した後、1000℃、30分の間焼鈍を水素雰囲気中で数回行ない、冷間圧延を施して板厚50mmの板を作った。その板は1000℃、30分の溶体化処理を水素中で行ない、急冷した。その後、更に冷間圧延を施して板厚1mmの薄い板を作った。その板は実施例1と同様の貫通形の連続炉を用い、1mの長さを経て625℃ $\pm 5^\circ C$ の温度分布の均熱部を30cm/分の走行速度でテープを走らせ、しかもテープの進行方向に平行に2000 O_e の直流磁場を印加して焼鈍した。但し、焼鈍は水素雰囲気で行

のとき強磁性部の厚さは $0.25 \pm 3\%$ であり、そして、3.8mm幅にスリットした。このテープは実施例1と同様の貫通形の連続炉を用い、1mの長さを経て675℃ $\pm 5^\circ C$ の温度分布の均熱部を10cm/分の走行速度でテープを走らせ、しかもテープの進行方向に平行に2000 O_e の直流磁場を印加して焼鈍した。但し、焼鈍は水素雰囲気で行なった。したがって前記溶体化処理後の急冷によるテープ表面の薄い酸化膜は水素によって十分に還元された。

本実施例の製造方法で作った磁気記録用テープの抗磁力は1000 O_e 、残留磁束密度は4800ガウス、角形比は0.86であった。 $r-Fe_2O_3$ の従来テープと比べ感度は3dB上昇し、周波数特性は図中④に示すように前記従来テープの欠であった高域周波数での出力レベルの改善がなされた。

つづいて実施例1と同様に $Mn-Zn$ フライタからなるヘッドの摩耗量は $r-Fe_2O_3$ テープの場合を1とすると本実施例によるテープの場合は0.05であった。

また、磁場を印加しないで焼鈍した場合の磁気

になった。したがって前記溶体化処理後の急冷によるテープ表面の薄い酸化膜は水素によって十分に還元された。その薄板は、その後更に冷間圧延を施して板厚 $6\mu m \pm 0.2\mu m$ のテープを作った。このとき強磁性部の厚さは $0.3 \pm 3\%$ であり、テープの長さは25Kmであった。そして3.8mm幅にスリットした。このテープは実施例1と同様の貫通形の連続炉を用い、1mの長さを経て650℃ $\pm 5^\circ C$ の温度分布の均熱部を10cm/分の走行速度でテープを走らせ、しかもテープの進行方向に平行に2000 O_e の直流磁場を印加して焼鈍した。但し焼鈍は水素雰囲気で行なった。

本実施例の製造方法で作った磁気記録用テープの抗磁力は1800 O_e 、残留磁束密度は5700ガウス、角形比は0.93であった。 $r-Fe_2O_3$ の従来テープと比べ感度は5dB上昇し、周波数特性は図中④に示すように前記従来テープの欠点であった高域周波数での出力レベルの改善がなされた。

つづいて実施例1と同様に $Mn-Zn$ フライタからなるヘッドの摩耗量は $r-Fe_2O_3$ テープの場合

を1とすると本実施例によるテープの場合は0.03であった。

実施例5.

強磁性金属として54.6 wt% Co - 18.2 wt% Ni - 18.2 wt% Fe - 10 wt% Co からなる合金を選び厚さ10 mm, 幅300 mmの板状のものを用意した。また非磁性金属として55 wt% Ni - 45 wt% Co 合金を選び厚さ97.8 mm, 幅300 mmの板状のものを用意した。両板を重ね合せてその周囲を連続溶接機で溶接した。接合した板を強磁性側を0.3 mm, 非磁性側を0.6 mm研削した後、1050℃, 30分の間焼鈍を水素雰囲気中で数回行ない、冷間圧延を施して板厚60 mmの板を作った。その板は1050℃, 30分の焼鈍処理を水素中で行ない、急冷した。その後、更に冷間圧延を施して板厚1 mmの薄い板を作った。その板は実施例1と同様の貫通形の連続炉を用い、1 mの長さを経て650℃±5℃の温度分布の均熱部を15 cm/分の走行速度でテープを走らせ、しかもテープの進行方向に平行に3000 Oe の直流磁場を印加して焼鈍した。但し、焼鈍は水素雰囲気中

で行なった。したがって前記焼鈍処理後の急冷によるテープ表面の薄い酸化膜は水素によって十分に還元された。その薄板はその後更に冷間圧延を施して板厚4 μm ± 0.1 μm のテープを作った。このとき強磁性部の厚さは0.3 μm ± 3%であり、テープの長さは30 kmであった。そして3.8 mm幅にスリットした。このテープは実施例1と同様の貫通形の連続炉を用い、1 mの長さを経て700℃±5℃の温度分布の均熱部を30 cm/分の走行速度でテープを走らせ、しかもテープの進行方向に平行に3000 Oe の直流磁場を印加して焼鈍した。但し、焼鈍は水素雰囲気中で行なった。

本発明の製造方法で作った磁気記録用テープの抗磁力は1700 Oe , 残留磁束密度は6600 Gauss, 角形比は0.95であった。 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ の従来のテープと比べ感度は6 dB上昇し、周波数特性は図中④に示すように前記従来テープの欠点であった高域周波数での出力レベルの改善がなされた。

つづいて実施例1と同様に Mn-Zn フェライトからなるヘッドの摩耗量は $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ テープの場合

を1とすると本実施例によるテープの場合は0.01であった。

また、磁場を印加しないで焼鈍した場合の磁気特性は抗磁力～1200 Oe , 残留磁束密度～5900 Gauss, 角形比～0.79であった。

以上の4つの実施例で非磁性金属として55 wt% Ni - 45 wt% Co 合金を選んだが、非磁性金属^で、しかも加工が可能なものなら他の金属例えば Cu , Cr , ステンレス等でもかまわない。また強磁性金属と非磁性金属の板厚の割合は磁気記録用テープとして、必要な強磁性層の厚さおよび転写等の防止のために必要な非磁性層の厚さから決定されるが、実際は製造工程の違いによって微少な変化が生ずるため、微調整は実際の製造工程によって行なわれる。

また、以上の実施例では1000 Oe 以上の磁場中焼鈍が採用されているが、磁場中焼鈍の効果は500 Oe 以上からあらわれ、交流磁場または直流磁場のどちらでもかまわない。

本実施例においては、スピノーダル変態を起す

ための焼鈍工程は磁場の存在のもとで行なわれているが、磁場を印加しないで焼鈍してもスピノーダル変態を起すことは可能である。

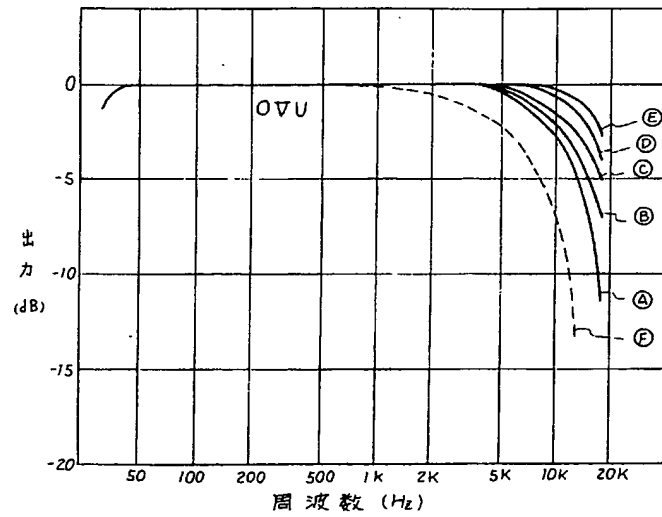
図面の簡単な説明

図は録音レベルOVUでの周波数特性を示し、④は実施例1, ⑤は実施例2, ⑥は実施例3, ⑦は実施例4, ⑧は実施例5の製造方法で作った磁気記録用テープおよび④は従来の $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ のテープの特性である。

代理人 弁理士 内原 晋



特開昭56-153532(6)



Best Available Copy